

## 明 細 書

### シリコンエピタキシャルウェーハの製造方法及びシリコンエピタキシャルウェーハ

#### 技術分野

- [0001] 本発明は、シリコンエピタキシャルウェーハの製造方法及びシリコンエピタキシャルウェーハに関する。

#### 背景技術

- [0002] 従来より、反応容器の内部に配されたサセプタの座ぐり上に載置されたシリコン単結晶基板の主表面上にシリコンエピタキシャル層を気相成長させることで、シリコンエピタキシャルウェーハを製造する方法が知られている。

- [0003] シリコンエピタキシャルウェーハを製造する場合において、シリコンエピタキシャル層の気相成長の前には、シリコン単結晶基板を洗浄する洗浄工程を行う。洗浄工程では、一般的に、アンモニア水と過酸化水素水との混合液を用いて主に微粒子（パーティクル）を除去するSC1洗浄工程を行った後、塩酸と過酸化水素水との混合液を用いて主に金属を除去するSC2洗浄工程を行う。これらSC1洗浄及びSC2洗浄の際には、シリコン単結晶基板の表面に自然酸化膜が形成される。

その後、洗浄済のシリコン単結晶基板を反応容器内に搬送し、サセプタの座ぐり上に載置する。そして、反応容器内を加熱して水素熱処理を行うことによって、シリコン単結晶基板の主表面に形成された自然酸化膜を水素ガスによりエッチングして除去する。なお、水素熱処理の際に、水素ガスとともに塩化水素ガスを用いることもある。

次いで、反応容器内を成長温度に設定し、シリコン単結晶基板の主表面上にシリコン原料ガスを供給し、これによりシリコン単結晶基板の主表面上にシリコンエピタキシャル層を気相成長させてシリコンエピタキシャルウェーハを製造する。

- [0004] また、ウェーハの裏面に対して薄膜を形成することを目的として、ウェーハとサセプタとの間に隙間を形成するために、リフトピンの上端にウェーハを下面から支持する突起が設けられたウェーハ支持装置が知られている（例えば、特許文献1参照。）。

特許文献1：特開平9-205130号公報

## 発明の開示

### 発明が解決しようとする課題

- [0005] ところで、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面には、微小な凹凸が形成されることがあり、特に、両主面に鏡面加工が施された両面ミラーシリコン単結晶基板の主表面上にシリコンエピタキシャル層を気相成長したものの場合には、前記微小な凹凸は、集光灯下或いは光学的表面検査装置で曇り(ヘイズ)として観察される。
- [0006] この発明は、上記のような問題点を解決するためになされたもので、シリコンエピタキシャルウェーハ、特に両面ミラーシリコン単結晶基板の主表面上にシリコンエピタキシャル層が気相成長されたシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面に、微小な凹凸が生じるのを抑制するとともに、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを改善することができるシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法及びその製造方法により製造可能なシリコンエピタキシャルウェーハを提供することを目的とする。

### 課題を解決するための手段

- [0007] 上記のように、特に、両面ミラーシリコン単結晶基板の主表面上にシリコンエピタキシャル層が気相成長されたシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面に、微小な凹凸が形成された状態となるのは、次のような理由に依ることがわかった。
- シリコンエピタキシャルウェーハの製造においては、上記のようにシリコンエピタキシャル層の気相成長の前に水素熱処理を行うが、水素熱処理の際に、水素ガスによりシリコン単結晶基板の主表面がエッチングされるだけでなく、サセプタの座ぐりの上面とこの座ぐりに収容されたシリコン単結晶基板の主裏面との隙間に水素ガスが回り込むことによって、シリコン単結晶基板の主裏面において自然酸化膜が局部的にエッチングされる。特に、前記主裏面のうち、サセプタに形成されたリフトピン用の貫通孔に対向する部分において自然酸化膜がエッチングされやすい。
- このように自然酸化膜が局部的にエッチングされてエッチングムラの生じた状態でシリコンエピタキシャル層の気相成長を行うと、シリコン単結晶基板の主裏面を構成するシリコンが局部的に露出した箇所にシリコンエピタキシャル層がまだらに気相成長し、そのため前記主裏面に微少な凹凸が形成されてしまう。

[0008] そこで、本発明の第一のシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法は、反応容器内に、シリコン単結晶基板を載置可能なサセプタが配設され、サセプタに載置されたシリコン単結晶基板に、水素雰囲気中で熱処理を施す水素熱処理工程と、水素熱処理工程後に、シリコンエピタキシャル層を気相成長する気相成長工程とを備えるシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法において、水素熱処理工程中に、シリコン単結晶基板をサセプタから離間させ、気相成長工程の間は、シリコン単結晶基板をサセプタに載置することを特徴としている。

[0009] シリコン単結晶基板のサセプタからの離間は、サセプタに対してシリコン単結晶基板を相対的に上下動させるリフトピンにシリコン単結晶基板を支持させて行くと、専用の離間装置が不要となり簡便である。

水素熱処理工程は、シリコンエピタキシャル層の気相成長温度よりも低温で行うことが好ましい。

また、水素熱処理工程において、シリコン単結晶基板がサセプタから離間している際の反応容器内の温度が、少なくとも900℃以上であることが好ましく、1000℃以上であることがより好ましい。一方、反応容器内の温度が、1150℃未満であることが好ましく、1100℃以下であることがより好ましい。

[0010] また、水素熱処理工程の前に、シリコン単結晶基板を洗浄する洗浄工程を備える場合、洗浄工程が、シリコン単結晶基板の少なくとも主裏面に形成された自然酸化膜を除去する主裏面自然酸化膜除去洗浄を有し、主裏面自然酸化膜除去洗浄を洗浄工程の最終洗浄として行うことが好ましい。

さらに、この場合、洗浄工程が、シリコン単結晶基板の両主面に形成された自然酸化膜を除去する両主面自然酸化膜除去洗浄を有し、両主面自然酸化膜除去洗浄を最終洗浄として行うようにしても良い。

これらの場合、自然酸化膜除去洗浄では、フッ酸を用いて自然酸化膜を洗浄除去することが好ましい。

[0011] 一方、この洗浄工程が、シリコン単結晶基板の主表面に酸化膜を形成する主表面酸化膜形成洗浄を有し、主表面酸化膜形成洗浄を主表面の最終洗浄として行うことが好ましい。

また、シリコン単結晶基板が、最終洗浄から反応容器内に投入されるまでの間、大気中に保管される時間を3日以内とすることが好ましい。

- [0012] 本発明の第二のシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法は、シリコン単結晶基板を洗浄する洗浄工程と、洗浄工程後に、非酸化性雰囲気中の反応容器内に配設されたサセプタ上にシリコン単結晶基板を載置して、シリコンエピタキシャル層を気相成長する気相成長工程とを備えるシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法において、洗浄工程は、シリコン単結晶基板の主表面に酸化膜を形成する主表面酸化膜形成洗浄を、主表面の最終洗浄として行い、且つ、シリコン単結晶基板の主裏面に形成された自然酸化膜を除去する主裏面自然酸化膜除去洗浄を、主裏面の最終洗浄として行うことを特徴としている。
- [0013] 主裏面自然酸化膜除去洗浄を洗浄工程の最終洗浄として行う場合、その後の気相成長までの間に形成される自然酸化膜の厚膜化を抑制するため、シリコン単結晶基板が、最終洗浄から反応容器内に投入されるまでの間、大気中に保管される時間を6時間以下とすることが好ましい。
- [0014] また、シリコン単結晶ウェーハが、両主面に鏡面加工が施された両面ミラーシリコン単結晶基板であることが好ましい。
- [0015] 本発明の第一又は第二のシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法によれば、シリコン単結晶基板、特に両面ミラーシリコン単結晶基板の主裏面の自然酸化膜をムラなくエッチングすることができるので、その後の気相成長工程にて、両面ミラーシリコン単結晶基板の主裏面、特に、この主裏面のうち、座ぐりに形成されたリフトピン用の貫通孔に対向する部分に微少な凹凸が生じるのを抑制でき、集光灯下或いは光学的表面検査装置でヘイズが観察されなくなる。この結果、シリコン単結晶基板、特に両主面に鏡面加工が施された両面ミラーシリコン単結晶基板の主表面上にシリコンエピタキシャル層が形成されたシリコンエピタキシャルウェーハにおいて、主裏面全体のヘイズレベルが0.1ppm以上50ppm以下、より好ましくは、0.1ppm以上0.5ppm以下であることを特徴とするシリコンエピタキシャルウェーハを製造することが可能となる。主裏面全体のヘイズレベルが50ppm以下であれば、暗室集光灯下の目視検査でヘイズは検知されない。また、主裏面全体のヘイズレベルが0.5ppm以下で

あれば、主裏面に存在する直径 $0.18\mu\text{m}$ 以上のパーティクルを光学的表面検査装置で測定することが可能となる。

- [0016] 上記において、ppmとは、例えばレーザ散乱光検出装置等の光学的表面検査装置を用いてシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面を光学走査して得られる散乱光の強度を表す単位である。即ち、例えば、 $0.1\text{ppm}$ とは、入射光の強度に対して百万分の $0.1$ の強度の散乱光が計測されたことを表す。また、散乱光の強度は表面粗さの大きさに比例するので、例えば散乱光の強度が大きい時には凹凸が比較的大きいことがわかる。

なお、レーザ散乱光検出装置は、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面全体を測定することができるが、シリコンエピタキシャルウェーハの周縁部では面取り部からの無視し得ないレベルの乱反射光が同時に測定されるので、通常、シリコンエピタキシャルウェーハの周縁部の幅数mmの範囲で得られた測定値は除外する。

特に近年需要が高まっている直径が $300\text{mm}$ 以上の高平坦度シリコンエピタキシャルウェーハであることが好ましい。

- [0017] ここで、上記特許文献1のウェーハ支持装置は、ウェーハの裏面に薄膜を形成するためにウェーハとサセプタとの間に常時隙間を形成する構成を有するが、本発明においては、シリコン単結晶基板、特に両面ミラーシリコン単結晶基板の主裏面の自然酸化膜をムラなくエッチングするために、水素熱処理を施す際に、両面ミラーシリコン単結晶基板をサセプタから離間させる一方で、両面ミラーシリコン単結晶基板の主表面上にシリコンエピタキシャル層の気相成長を行う際には、両面ミラーシリコン単結晶基板をサセプタに載置する。即ち、気相成長時には、両面ミラーシリコン単結晶基板とサセプタとを離間させないような構成となっている。つまり、本発明は、特許文献1に開示された発明の目的及び構成とは異なっている。本発明によれば、気相成長前に両面ミラーシリコン単結晶基板の主裏面の自然酸化膜をムラなくエッチングするとともに、当該基板の主裏面上に対するシリコンエピタキシャル層のまだらな気相成長を防止することができる。

#### 発明の効果

- [0018] 本発明によれば、シリコン単結晶基板の主裏面の自然酸化膜をムラなくエッチング

することができるので、その後の気相成長工程にて、シリコン単結晶基板の主裏面、特に、この主裏面のうち、リフトピン用の貫通孔に対向する部分に微少な凹凸が生じるのを抑制でき、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面全体のヘイズレベルを50p pm以下にすることが可能となる。

#### 図面の簡単な説明

[0019] [図1]本発明が適用された第一の実施の形態として例示するシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法の各工程を説明するための図である。

[図2]図1のシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法に係る反応容器内の温度と各製造工程と基板の配置状態との対応を示す図である。

[図3]気相成長装置を示す模式的な正面断面図であり、サセプタの座ぐり内にシリコン単結晶基板を載置した状態を示す図である。

[図4]気相成長装置を示す模式的な正面断面図であり、リフトピンによりシリコン単結晶基板をサセプタから離間させた状態を示す図である。

[図5]本発明が適用された第二の実施の形態として例示するシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法の各工程を説明するための図である。

[図6A]実施例1のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模式的に示す図である。

[図6B]比較例1のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模式的に示す図である。

[図7A]実験例のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模式的に示す図である。

[図7B]実験例のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模式的に示す図である。

[図7C]実験例のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模式的に示す図である。

[図8A]実施例2-1のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模式的に示す図である。

[図8B]実施例2-2のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模式

的に示す図である。

[図8C]実施例2-3のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模式的に示す図である。

[図9A]実施例2-4のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模式的に示す図である。

[図9B]比較例2-1のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模式的に示す図である。

[図9C]比較例2-2のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模式的に示す図である。

[図10A]実施例3-1のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模式的に示す図である。

[図10B]実施例3-2のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模式的に示す図である。

[図10C]比較例3のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模式的に示す図である。

[図11A]実施例5-1のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模式的に示す図である。

[図11B]実施例5-2のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模式的に示す図である。

[図11C]実施例5-3のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模式的に示す図である。

[図11D]実施例5-4のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模式的に示す図である。

[図12A]比較例5-1のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模式的に示す図である。

[図12B]比較例5-2のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模式的に示す図である。

[図12C]比較例5-3のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模

式的に示す図である。

[図12D]比較例5-4のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを模式的に示す図である。

### 発明を実施するための最良の形態

[0020] 以下に、図面を参照しながら、本発明に係る実施の形態について説明する。

#### [第一の実施の形態]

まず、本発明が適用された第一の実施の形態のシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法に使用する気相成長装置の好適な一例としての枚葉式の気相成長装置100の概略構成について、図3を参照して説明する。

[0021] 図3に示すように、気相成長装置100は、気相成長の際に、両面ミラーシリコン単結晶基板Wを支持する円盤状のサセプタ1と、サセプタ1が略水平状態で内部に配される反応容器2と、サセプタ1を下面側から支持するサセプタ支持部材3と、サセプタ1に対して相対的に両面ミラーシリコン単結晶基板Wを上下動させるリフトピン4と、反応容器2内を加熱するための例えば、ハロゲンランプ等の加熱装置5と、シリコン原料ガスを反応容器2内のサセプタ1の上側領域に導入してこのサセプタ1上の両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面上に供給するガス導入路6と、反応容器2に対しガス導入路6と同じ側に設けられパージガスを反応容器2内のサセプタ1の下側領域に導入するパージガス導入路7と、これら反応ガス導入路6及びパージガス導入路7に対し反応容器2の逆側に設けられ反応容器2からガスを排気する排気路8とを備えて概略構成されている。

[0022] サセプタ1の主表面には、内部に、シリコンエピタキシャル層が気相成長される両面ミラーシリコン単結晶基板Wが載置される座ぐり10が形成されている。

この座ぐり10は、例えば、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの外周縁部を支持する上段座ぐり部11と、この上段座ぐり部11よりも中心側下段に形成された下段座ぐり部12とを有する二段構成を成している。

また、サセプタ1は、例えば、炭化珪素で被覆されたグラファイトから構成されている。

[0023] サセプタ支持部材3は、上下方向Aに移動可能に設けられており、当該サセプタ支



持部材3の先端部には、放射状に分岐するように複数の支持アーム3aが設けられている。この支持アーム3aの先端部は、サセプタ1の主裏面に形成された凹部1aに嵌合されており、これにより、サセプタ1をその上面が略水平となるように支持している。

[0024] リフトピン4は、丸棒状に構成された胴体部4aと、この胴体部4aの上端部に形成され、座ぐり10に載置された両面ミラーシリコン単結晶基板Wを下面側から支持する頭部4bとを備えている。頭部4bは、両面ミラーシリコン単結晶基板Wを支持しやすいように胴体部4aに比べて拡張されている。

リフトピン4は、座ぐり10の底面に形成されたリフトピン用の貫通孔10aに挿通され、その頭部4bが座ぐり10の底面に望むように配設されている。さらに、リフトピン4の胴体部4aは、支持アーム3aに形成された貫通孔3bを貫通している。

[0025] 次に、本発明に係るシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法について、図1及び図2を参照して説明する。

[0026] 本実施の形態におけるシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法にあつては、シリコン単結晶基板Wの主表面上にシリコンエピタキシャル層を気相成長する気相成長工程(ステップS13;図2参照)の前に行う水素熱処理工程(ステップS11;図2参照)において、リフトピン4を用いてシリコン単結晶基板Wをサセプタ1から離間させる。これにより、シリコン単結晶基板Wの主裏面の自然酸化膜をムラなくエッチング除去する。その後、シリコン単結晶基板Wを座ぐり10に載置し、その基板Wの主表面上にシリコンエピタキシャル層を気相成長する。

[0027] 以下、本発明の実施例1及び比較例1について説明する。

なお、実施例1及び比較例1並びに後述する各実施例及び比較例にあつては、両面ミラーシリコン単結晶基板Wとして、直径:300mm、p型、抵抗率:約 $0.0015\Omega\cdot\text{cm}$ 、面方位(100)のものをを用い、また、気相成長条件を、原料ガス:トリクロロシラン、成長温度:1150℃として、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面に抵抗率約 $10\Omega\cdot\text{cm}$ のシリコンエピタキシャル層を約 $3\mu\text{m}$ 気相成長するものとする。

また、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルxの測定は、光学的表面検査装置(図示略)を用いて、主裏面を光学走査して得られる散乱光の強度をppmの単位で表す。具体的には、例えば、0.1ppmとは、入射光の強度に対して百

万分の0.1の強度の散乱光が計測されたことを表す。また、散乱光の強度は、表面粗さの大きさに比例し、例えば散乱光の強度が大きい時には凹凸が比較的大きいことがわかる。

[0028] [実施例1]

<サセプタに対する離間の有無とヘイズレベルとの関係>

(洗浄条件)

両面ミラーシリコン単結晶基板Wに対し、SC1洗浄、SC2洗浄を行う。なお、SC1洗浄、SC2洗浄等の洗浄工程における各洗浄(フッ酸洗浄(後述)を含む)の詳細な説明については後述する。

(気相成長工程前の水素熱処理条件)

実施例1:リフトピン4を用いて両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1から離間させた状態で、1130℃で120秒間保持し、水素熱処理を行う(図6A参照)。

比較例1:両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1に載置した状態で、1130℃で120秒間保持し、水素熱処理を行う(図6B参照)。

上記条件で製造されたシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルxの測定結果を図6A及び図6Bに示す。

[0029] [評価]

図6Bに示すように、比較例1のシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルxは、0.2ppmより大きく数百ppmに達する領域があり、特に、リフトピン用の貫通孔に対向する部分が悪くなっている。しかしながら、図6Aに示すように、水素熱処理工程中に両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1から離間させた場合(実施例1)、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルxは、0.1ppm以上0.2ppm以下であり、比較例1のものに比べて良いことがわかる。

[0030] [実験例]

ところで、リフトピン4で両面ミラーシリコン単結晶基板Wを支持して当該両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1から離間させて1150℃以上の高温で水素熱処理を施すと、両面ミラーシリコン単結晶基板Wのリフトピン4により支持された箇所に応力が集中し、両面ミラーシリコン単結晶基板Wにスリップ転位などの結晶欠陥が誘

発されることがある。

そこで、本実施の形態においては、気相成長温度よりも処理温度を低下させて水素熱処理を施すことにより、スリップ転位の誘発を抑制する。ただし、水素熱処理温度を低下させすぎると、水素熱処理工程において両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面に形成された自然酸化膜の除去を十分に行うことが困難となり、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルxが図7A～図7Cに示すように悪化する。

。

ここで、図7A～図7Cは、両面ミラーシリコン単結晶基板Wへの処理温度(反応容器内の温度)を1150℃(図7A)、1100℃(図7B)、1050℃(図7C)と変化させて水素熱処理を施した後、当該基板Wの主表面にシリコンエピタキシャル層を気相成長したシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルxを光学的表面検査装置を用いて測定した結果を示すものである。

図7Cに示すように、処理温度を1050℃として水素熱処理を施した場合、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面に形成された自然酸化膜の除去を十分に行えず、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルxが殆ど改善しない。

[0031] この場合、水素熱処理工程の前に、両面ミラーシリコン単結晶基板Wを洗浄する洗浄工程(ステップS1～S7;図1参照)の最終洗浄として自然酸化膜除去洗浄(ステップS5)を行って、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの表面に形成されている自然酸化膜を予め除去しておくが良い。

[0032] ここで、両面ミラーシリコン単結晶基板Wは、例えば、以下のような工程に従い準備されたものである。

即ち、例えば、FZ(フローティングゾーン)法あるいはCZ(チョクラルスキー)法等により製造されたシリコン単結晶インゴットを、スライサー等を用いてスライシングする。スライシング後のウェーハの縁部に面取りを施した後、両面をラップ研磨し、さらにケミカルエッチング処理を施す。さらに、エッチング工程終了後のウェーハの両主面に、メカノケミカルポリッシングにより鏡面研磨を施すことにより両面ミラーシリコン単結晶基板Wを作製する。

[0033] そして、上記のようにして準備された両面ミラーシリコン単結晶基板Wの洗浄工程

においては、図1に示すように、先ず、SC1洗浄を行う(ステップS1)。このSC1洗浄では、過酸化水素水( $\text{H}_2\text{O}_2$ 水)とアンモニア水( $\text{NH}_4\text{OH}$ )と純水との混合液からなるSC1洗浄用の薬液が満たされたSC1薬液槽に、両面ミラーシリコン単結晶基板Wを浸して、当該両面ミラーシリコン単結晶基板Wに付着した微粒子(パーティクル)を主に除去する。

次に、両面ミラーシリコン単結晶基板Wを純水槽に浸して純水リンスする(ステップS2)。この純水リンスを、例えば2回繰り返す。

[0034] 続けて、SC2洗浄を行う(ステップS3)。このSC2洗浄では、過酸化水素水( $\text{H}_2\text{O}_2$ 水)と塩酸( $\text{HCl}$ 水)と純水との混合液からなるSC2洗浄用の薬液が満たされたSC2薬液槽に両面ミラーシリコン単結晶基板Wを浸して、当該両面ミラーシリコン単結晶基板Wに付着した金属汚染を主に除去する。

次に、両面ミラーシリコン単結晶基板Wを純水槽に浸して純水リンスする(ステップS4)。この純水リンスを、例えば2回繰り返す。

[0035] 次に、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの両主面に形成された自然酸化膜を除去する自然酸化膜除去洗浄として、フッ酸洗浄を行う(ステップS5)。具体的には、例えば、SC1洗浄及びSC2洗浄等を行うことで両主面に自然酸化膜が形成された両面ミラーシリコン単結晶基板Wを所定濃度のフッ酸薬液槽に浸して、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの両主面の自然酸化膜をムラなくエッチング除去する。

[0036] そして、両面ミラーシリコン単結晶基板Wを純水槽に浸して純水リンスする(ステップS6)。この純水リンスを、例えば2回繰り返す。

続けて、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの乾燥を行うことにより(ステップS7)、当該両面ミラーシリコン単結晶基板の洗浄を終了する。

[0037] その後、例えば気相成長装置100を用いて、水素熱処理工程及び気相成長工程を行う(図2)。

具体的には、先ず、反応容器2内に水素( $\text{H}_2$ )ガスを導入するとともに、反応容器2内の温度を両面ミラーシリコン単結晶基板Wの投入温度(例えば650℃程度)に設定する。

[0038] 次に、反応容器2内に両面ミラーシリコン単結晶基板Wを投入する(ステップS8)。

具体的には、先ず、リフトピン4を互いに略等量だけサセプタ1上面より上方に突出するように当該サセプタ1に対し相対的に上昇させる。即ち、サセプタ支持部材3を下降させる動作に伴わせてサセプタ1を下降させていき、この下降の過程でリフトピン4の下端部が例えば反応容器2の底面に到達すると、リフトピン4はそれ以上に下降できないが、サセプタ1はさらに下降する。このため、サセプタ1に対しリフトピン4が相対的に上昇し、図4において両面ミラーシリコン単結晶基板Wが無い状態となる。

そして、図示しないハンドラにより両面ミラーシリコン単結晶基板Wを反応容器2内に搬送し、各リフトピン4の頭部4bにより主表面を上にして両面ミラーシリコン単結晶基板Wを支持させ、ハンドラを退避させる。このようにして、反応容器2内に両面ミラーシリコン単結晶基板Wを投入し、これにより、図4に示すように、両面ミラーシリコン単結晶基板Wがリフトピン4によってサセプタ1から離間した状態となる(ステップS9)。このとき、サセプタ1と両面ミラーシリコン単結晶基板Wとは、例えば、少なくとも1mm空いた状態となっている。

[0039] 次に、反応容器2内を、後述するシリコンエピタキシャル層の気相成長温度よりも低温とされる水素熱処理温度に加熱(昇温)して(ステップS10)、水素熱処理を行う(ステップS11)。この水素熱処理では、具体的には、水素雰囲気中の反応容器2内にて両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1から離間させた状態を所定の温度で所定の時間保持することにより、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面に洗浄工程後において形成された自然酸化膜を水素によりエッチング除去する。これにより、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面の自然酸化膜をムラなく確実に除去することができる。

[0040] ここで、両面ミラーシリコン単結晶基板Wがサセプタ1から離間している時の反応容器2内の温度は、好ましくは900℃以上1150℃未満である(図8A～図8C及び図9A～図9C参照:詳細後述)。900℃未満での水素熱処理では、自然酸化膜を十分に除去することができず、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルが殆ど改善しない。一方、1150℃以上での水素熱処理では、スリップ転位等の結晶欠陥が頻繁に発生する。水素熱処理工程において、スリップ転位等の結晶欠陥の発生を抑制する上では、1100℃以下であるのがより好ましく、主裏面のヘイズレベルを5

Oppm以下に保つには1000℃以上であるのがより好ましい。

また、離間状態に保つ時間は、好ましくは10秒以上120秒以下である。離間状態に保つ時間が10秒より短いと十分に自然酸化膜をエッチング除去できず、120秒より長くてもヘイズレベルのさらなる改善には殆ど効果がない。

[0041] そして、両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1から離間させた状態が所定時間経過すると、サセプタ支持部材3を上昇させるのに伴わせて、サセプタ1を上昇させていく。そして、サセプタ1の上昇の過程で座ぐり10の上段座ぐり部11の上面部分が両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面に到達すると、それまでリフトピン4の頭部4b上に支持されていた両面ミラーシリコン単結晶基板Wが、上段座ぐり部11の上面部分により支持された状態に移行する。これにより、座ぐり10に両面ミラーシリコン単結晶基板Wが載置された状態となる(ステップS12)。

さらに、リフトピン4用の貫通孔10aの上縁部がリフトピン4の頭部4bに到達すると、それまで例えば反応容器2の底面により支持された状態であったリフトピン4は、サセプタ1により支持された状態に移行する。

[0042] そして、サセプタ1の座ぐり10に両面ミラーシリコン単結晶基板Wを載置した状態で、水素熱処理をさらに所定時間施すことにより、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面の自然酸化膜を完全に除去し、水素熱処理を終了する。

[0043] 次に、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面上にシリコンエピタキシャル層を気相成長する(ステップS13)。具体的には、反応容器2内を成長温度(例えば1150℃程度)に設定し、ガス導入路6を介して反応容器2内に導入したシリコン原料ガス(例えばトリクロロシラン等)を両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面上に供給する。これにより、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面上にシリコンエピタキシャル層を気相成長させてシリコンエピタキシャルウェーハを製造する。

[0044] 次に、反応容器2内を取出温度(例えば上記の基板投入温度と同じく650℃程度)にまで冷却(降温)し(ステップS14)、この反応容器2内からシリコンエピタキシャルウェーハを取り出す(ステップS15)。

[0045] 以上のように、第一の実施の形態によれば、気相成長前の洗浄工程において、最終洗浄として両面ミラーシリコン単結晶基板Wに対し自然酸化膜除去洗浄を行うこと

により、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの両主面に形成された自然酸化膜を除去することができる。これにより、大気中に保管或いは洗浄中に両面ミラーシリコン単結晶基板Wの表面に形成された自然酸化膜を一旦完全に除去することができるので、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの両主面には自然酸化膜除去洗浄後に反応容器2に投入するまでの間に形成された比較的薄い自然酸化膜があるだけである。このため、水素熱処理工程中に、処理温度をシリコンエピタキシャル層の気相成長温度よりも低温で水素熱処理を行っても、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面の自然酸化膜を確実に除去することができる。また、両面ミラーシリコン単結晶基板Wがリフトピン4によってサセプタ1から離間している時の反応容器2内の温度を1150℃未満に設定することにより、スリップ転位等の結晶欠陥が発生することを抑制することができる。

従って、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面に形成された自然酸化膜をムラなくエッチング除去することができ、その後の気相成長工程にて、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面、特に、前記主裏面のうち、リフトピン4用の貫通孔10aに対向する部分に微少な凹凸が生じるのを抑制でき、集光灯下或いは光学的表面検査装置で曇り(ヘイズ)が観察されなくなる。ただし、自然酸化膜除去洗浄後、両面ミラーシリコン単結晶基板Wが3日以上大気中に保管された場合には、厚い自然酸化膜が形成されている可能性が高いので、反応容器2に投入する前に自然酸化膜除去洗浄を再び行うことが好ましい(図10A～図10C参照)。

[0046] 以下、本発明の実施例2及び比較例2について説明する。

#### [実施例2]

##### <水素熱処理温度とヘイズレベルとの関係>

(フッ酸洗浄後の保管時間)

両面ミラーシリコン単結晶基板Wをフッ酸洗浄後、34時間大気中で保管したものをを用いる。

(水素熱処理条件)

実施例2:処理温度を、900℃(図8A:実施例2-1)、1000℃(図8B:実施例2-2)、1050℃(図8C:実施例2-3)、及び1100℃(図9A:実施例2-4)として水素熱処

理を施す。このとき、各処理温度において、両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1から離間させた状態で各々60秒間保持する。

比較例2:処理温度を1150℃とし、両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1から離間させた状態で60秒間保持する(図9B:比較例2-1)か、または両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1に載置した状態で60秒間保持する(図9C:比較例2-2)。

上記条件で製造されたシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベル $x$ の測定結果を図8A～図8C及び図9A～図9Cに示す。

[0047] [評価]

図8A～図8C並びに図9A及び図9Bに示すように、両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1から離間させて、反応容器2内の処理温度を900℃以上1150℃以下として水素熱処理を施すことにより、両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1に載置した状態で水素熱処理を施したもの(図9C:比較例2-2)に比べて、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベル $x$ を改善することができる。

ただし、水素熱処理温度が1150℃(図9B:比較例2-1参照)以上の場合、スリップ転位等の結晶欠陥が頻繁に発生してしまうため、水素熱処理温度を1150℃未満、より好ましくは、図9A(実施例2-4)等に示すように、1100℃以下とすることで、スリップ転位等の結晶欠陥の発生を抑制することができる。また、図8A(実施例2-1)等に示すように、水素熱処理温度を900℃以上とすることで、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面全体のヘイズレベルを0.1ppm以上50ppm以下に保つことができ、図8C(実施例2-3)等に示すように、水素熱処理温度を1050℃以上とすることで、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面全体のヘイズレベルを0.1ppm以上0.5ppm以下に保つことができる。

[0048] 以下、本発明の実施例3及び比較例3について説明する。

[実施例3]

<フッ酸洗浄後の保管時間とヘイズレベルとの関係>

(フッ酸洗浄後の保管時間)

自然酸化膜除去洗浄としてのフッ酸洗浄を洗浄工程の最終洗浄で行い、フッ酸洗



浄後の両面ミラーシリコン単結晶基板Wを、34時間(図10A:実施例3-1)、64時間(図10B:実施例3-2)及び120時間(図10C:比較例3)大気中で保管する。

(水素熱処理条件)

水素熱処理温度を1050℃として、両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1から離間させた状態で各々60秒間保持する。

上記条件で製造されたシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベル $x$ の測定結果を図10A～図10Cに示す。

[0049] [評価]

図10Cに示すように、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの保管時間を120時間(5日間)とした場合(比較例3)、その保管中に両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面に厚い自然酸化膜が形成されてしまうため、両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1から離間させて水素熱処理を施しても自然酸化膜を十分に除去することができない。

これに対して、図10Aに示すように、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの保管時間を34時間(実施例3-1)とした場合、当該基板Wの主裏面に形成された自然酸化膜を水素熱処理にてほぼ完全にエッチング除去して、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面全体のヘイズレベルを0.1ppm以上0.5ppm以下とすることができる。また、図10Bに示すように、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの保管時間を64時間(2.7日間)(実施例3-2)とした場合、当該基板Wの主裏面に形成された自然酸化膜を水素熱処理にて完全に除去することは困難となるが、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面全体のヘイズレベルが50ppm以下となる程度にはエッチング除去することができる。即ち、自然酸化膜除去洗浄後、3日以内に、両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1から離間させて1000℃以上の温度で水素熱処理を施せば、その後に製造されるシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面全体のヘイズレベルを50ppm以下に抑制することができる。

[0050] [第二の実施の形態]

第二の実施の形態におけるシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法では、水素熱処理工程の前に行う洗浄工程において、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表

面の最終洗浄として、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面に酸化膜を形成する主表面酸化膜形成洗浄(ステップS103におけるオゾン水洗浄に対応;図5参照)を行う。

即ち、洗浄工程において、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの両主面の最終洗浄として、当該両主面の自然酸化膜の除去を例えばフッ酸を用いて行くと、フッ酸により処理された両面ミラーシリコン単結晶基板Wの両主面は、活性が高い状態となる。この活性の高い両面ミラーシリコン単結晶基板Wの表面には、パーティクル等の異物が付着し易い(表1参照)。パーティクル等の異物が一旦付着すると、その除去は容易でない。そして、主表面に異物が付着した状態でシリコンエピタキシャル層を気相成長すると、結晶欠陥が発生し易くなる。

[0051] そこで、第二の実施の形態におけるシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法では、例えば枚葉式の洗浄装置(図示略)を用いて、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面及び主裏面の洗浄を各主面ごとに行う。即ち、ヘイズの発生を抑制するために両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面の最終洗浄を自然酸化膜除去洗浄とする一方で、パーティクル等の異物付着を抑制するために主表面の最終洗浄を酸化膜形成洗浄とする。

[0052] 以下に、本発明に係るシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法について、図5を参照して説明する。

図5に示すように、具体的には、先ず、例えば、枚葉式の洗浄装置内に所定の搬送装置を用いて両面ミラーシリコン単結晶基板Wを投入し、この両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面に対して所定のノズルからSC1洗浄用の薬液を噴射して、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面のSC1洗浄を行う(ステップS101)。また、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面に対しても所定のノズルからSC1洗浄用の薬液を噴射して、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面のSC1洗浄を行う(ステップS201)。このSC1洗浄により、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの両主面に付着した微粒子等を除去する。

[0053] 次に、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面に対して所定のノズルから純水を噴射して純水リンスを行う(ステップS102)。また、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの

主裏面に対しても所定のノズルから純水を噴射して純水リンスを行う(ステップS202)。

- [0054] 続けて、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面の最終洗浄として、主表面酸化膜形成洗浄を行う。この主表面酸化膜形成洗浄では、例えば、オゾン水洗浄を行うことにより(ステップS103)、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面に酸化膜としてのオゾン酸化膜を形成する。具体的には、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面に対して洗浄装置の所定のノズルからオゾン水を噴射して、これにより、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面にパーティクル等の異物の付着が抑制された良質なオゾン酸化膜を形成する。

また、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面の最終洗浄として、主裏面自然酸化膜除去洗浄を行う。この主裏面自然酸化膜除去洗浄では、例えば、フッ酸洗浄を行うことにより(ステップS203)、ステップS201におけるSC1洗浄等の際に両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面に形成された自然酸化膜をフッ酸によりエッチング除去する。

- [0055] その後、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面に対して所定のノズルから純水を噴射して純水リンスを行う(ステップS104)。また、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面に対しても所定のノズルから純水を噴射して純水リンスを行う(ステップS204)。

- [0056] 次に、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの乾燥を行う。この両面ミラーシリコン単結晶基板Wの乾燥では、例えば、両面ミラーシリコン単結晶基板Wを所定の速度で回転させて遠心力等により当該両面ミラーシリコン単結晶基板Wの表面の水滴を除去するスピン乾燥を行う(ステップS105)。

以上により、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの洗浄工程を終了する。

- [0057] その後、洗浄済の両面ミラーシリコン単結晶基板Wを気相成長装置100内に投入して(ステップS106)、上記第一の実施の形態と同様にして水素熱処理工程を行う。即ち、水素熱処理工程において、両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1から離間させた状態で(ステップS107)、反応容器2内を、シリコンエピタキシャル層の気相成長温度よりも低温とされる水素熱処理温度に加熱(昇温)して(ステップS108)、

水素熱処理を行う(ステップS109)。これにより、反応容器2内にて水素雰囲気中に曝された両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面のオゾン酸化膜並びに当該両面ミラーシリコン単結晶基板Wの洗浄工程後においてその主裏面に形成された自然酸化膜を水素によりエッチング除去する。従って、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面の自然酸化膜をムラなく確実に除去することができる。

その後、サセプタ1の座ぐり10内に両面ミラーシリコン単結晶基板Wを載置して(ステップS110)、この状態で水素熱処理をさらに所定時間施すことにより、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面のオゾン酸化膜を完全に除去してから、水素熱処理を終了する。

[0058] 次に、上記第一の実施の形態と同様にして、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面上にシリコンエピタキシャル層を気相成長して、シリコンエピタキシャルウェーハを製造し、製造されたシリコンエピタキシャルウェーハを反応容器2内から取り出す(ステップS111〜S113)。

[0059] 以上のように、第二の実施の形態によれば、洗浄工程において、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面の最終洗浄として主表面酸化膜形成洗浄を行うことにより、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面に酸化膜を形成することができる。従って、洗浄工程の最終洗浄として両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面もフッ酸で洗浄した場合とは異なり、当該両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面の活性が低いので、パーティクル等の異物が付着しづらくなり、異物付着に起因するシリコンエピタキシャル層の結晶欠陥の発生を抑制することができる。

[0060] なお、上記第一及び第二の実施の形態では、両面ミラーシリコン単結晶基板Wを反応容器2内に投入してから両面ミラーシリコン単結晶基板Wのサセプタ1からの離間状態が終了するまでの間、サセプタ1に対して両面ミラーシリコン単結晶基板Wを離間させたままの状態としたが、これに限られるものではなく、少なくとも水素熱処理工程中に所定の時間だけ両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1から離間させれば良い。

また、両面ミラーシリコン単結晶基板Wのサセプタ1からの離間をリフトピン4により行うようにしたが、これに限られるものではなく、如何なる方法で離間させても良いこと

は言うまでもない。さらに、両面ミラーシリコン単結晶基板Wのサセプタ1からの離間を、サセプタ1をリフトピン4に対し相対的に下降させることにより行うようしたが、これに限られるものではない。例えば、サセプタ1の上下動にとらわれずに、当該サセプタ1に対してリフトピン4を上昇可能となるような構成として、リフトピン4を上昇させることにより両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1から離間させても良い。

[0061] さらに、洗浄工程における両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面並びに主裏面の最終洗浄として自然酸化膜を除去する主表面自然酸化膜除去洗浄並びに主裏面自然酸化膜除去洗浄を行うか否かは、適宜任意に変更可能となっており、本発明にあつては、少なくとも、水素熱処理工程中に、両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1から離間させ、気相成長工程の間は、両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1の座ぐり10に載置すれば良い。

[0062] 以下、本発明の実施例4及び比較例4について説明する。

#### [実施例4]

##### <洗浄条件の比較>

##### (洗浄条件)

実施例4: 両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面の最終洗浄としてオゾン水洗浄を行い、当該基板Wの主裏面の最終洗浄としてフッ酸洗浄を行う。

比較例4: 両面ミラーシリコン単結晶基板Wの両主面の最終洗浄としてフッ酸洗浄を行う。

##### (洗浄工程直後のパーティクル数の計測)

光散乱式の光学的表面検査装置を用いて、洗浄工程直後の両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面に存する直径 $0.12\mu\text{m}$ 以上の大きさのパーティクルを計測する。

##### (気相成長工程直後のパーティクル数の計測)

光散乱式の光学的表面検査装置を用いて、シリコンエピタキシャルウェーハのシリコンエピタキシャル層に存する直径 $0.12\mu\text{m}$ 以上の大きさのパーティクルを計測する。

実施例4及び比較例4のパーティクル数の計測結果を表1に示す。

[0063] [表1]

	実施例4	比較例4
最終洗浄	主表面:O <sub>3</sub> 、主裏面:HF	主表面:HF、主裏面:HF
洗浄工程直後(ヶ/基板)	0	$1.5 \times 10^3$
気相成長工程直後(ヶ/ウェーハ)	10	25

## [評価]

両面ミラーシリコン単結晶基板Wの両主面の最終洗浄としてフッ酸洗浄を行った場合(比較例4)、洗浄工程直後には、基板1枚あたり $1.5 \times 10^3$ ヶのパーティクルが計測され、また、気相成長工程直後には、シリコンエピタキシャルウェーハ1枚あたり25ヶのパーティクルが計測された。

これに対して、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面の最終洗浄としてオゾン水洗浄を行い、当該基板Wの主裏面の最終洗浄としてフッ酸洗浄を行った場合(実施例4)、直径 $0.12 \mu\text{m}$ 以上の大きさのパーティクルは計測されず、また、気相成長工程直後にシリコンエピタキシャルウェーハ1枚あたりで計測されるパーティクル数も10ヶと減少することができた。

## [0064] [第三の実施の形態]

第三の実施の形態におけるシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法では、洗浄工程において、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面の最終洗浄として、例えばオゾン水を用いて主表面酸化膜形成洗浄を行い、且つ、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面の最終洗浄として、例えばフッ酸を用いて主裏面自然酸化膜除去洗浄を行った後に速やかに非酸化性雰囲気中の反応容器2内に投入し、第一及び第二の実施の形態とは異なり両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1から離間させた状態とせずに、座ぐり10に載置した状態で水素熱処理工程を行うような構成とする。

最終洗浄から両面ミラーシリコン単結晶基板Wを非酸化性雰囲気(例えば、水素雰囲気)中の反応容器2内に投入するまでの間に、酸化性雰囲気である大気中に保管する時間を6時間以下にすれば、当該両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面には、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面に形成されるヘイズの原因となる程度の厚

さを有する自然酸化膜が形成され難い。

即ち、大気中での保管時間を6時間以下にすれば、水素熱処理工程において、上記の両面ミラーシリコン単結晶基板Wを反応容器2内のサセプタ1の座ぐり10上に載置して水素熱処理を施しても、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面上の自然酸化膜が十分にエッチング除去されるので、その後の気相成長工程にて、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面、特に、この主裏面のうち、リフトピン4用の貫通孔10aに対向する部分に微少な凹凸が生じるのを抑制でき、光学的表面検査装置で測定した場合、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面全体のヘイズレベルを50ppm以下にすることができる。

[0065] なお、上記第二及び第三の実施の形態では、主表面酸化膜形成洗浄において、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面に酸化膜としてオゾン酸化膜を形成するような構成としたが、これに限られるものではなく、オゾン酸化膜以外の酸化膜を形成するような構成であっても良い。

[0066] また、本発明は、上記実施の形態に限定されることはなく、例えば、主裏面自然酸化膜除去洗浄としてフッ酸洗浄を行うようにしたが、主裏面の自然酸化膜を除去可能であれば他の洗浄方法であっても良い。

さらに、上記第二の実施の形態において、SC1洗浄に替えて両面ミラーシリコン単結晶基板Wに付着した微粒子をスクラブ洗浄を用いて除去する構成であっても良いのは勿論である。

また、上段座ぐり部11と下段座ぐり部12とを有する座ぐり10が形成されたサセプタ1について説明したが、座ぐり10の形状は、これに限られるものではなく、両面ミラーシリコン単結晶基板Wを載置可能な形状であれば座ぐり10の形状は如何なるものであっても良い。

加えて、シリコンエピタキシャルウェーハを製造する装置として枚葉式の気相成長装置100を例示したが、これに限られるものではなく、バッチ式の気相成長装置であっても良い。

[0067] 以下、本発明の実施例5及び比較例5について説明する。

[実施例5]

<大気中での保管時間とヘイズレベルとの関係>

(洗浄条件等)

両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主表面の最終洗浄としてオゾン水洗浄を行い、当該基板Wの主裏面の最終洗浄としてフッ酸洗浄を行う。

(フッ酸洗浄後の大気中での保管時間)

フッ酸洗浄後の両面ミラーシリコン単結晶基板Wを、0時間(ここでは、フッ酸洗浄後20分以内に反応容器2内に投入する場合に、保管時間を0時間とする。図11A:実施例5-1)、1.5時間(図11B:実施例5-2)、3時間(図11C:実施例5-3)、6時間(図11D:実施例5-4)、12時間(図12A:比較例5-1)、24時間(図12B:比較例5-2)、48時間(図12C:比較例5-3)、96時間(図12D:比較例5-4)大気中でそれぞれ保管する。大気中での保管時間終了後、直ちに、例えば窒素雰囲気のロードロック室を介して水素雰囲気の反応容器2内に投入する。

(水素熱処理条件)

水素熱処理温度を1050℃として、両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1に載置した状態で各々60秒間保持する。

上記条件で製造されたシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベル $x$ の測定結果を図11A〜図11D及び図12A〜図12Dに示す。

[0068] [評価]

図12A〜図12Dに示すように、両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面をフッ酸洗浄した後の大気中での保管時間を12時間以上とすると(比較例5;比較例5-1〜比較例5-4)、保管中に両面ミラーシリコン単結晶基板Wの主裏面に自然酸化膜が形成され、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面に50ppmより大きいレベルのヘイズが顕在化する。

これに対して、図11A〜図11D(実施例5;実施例5-1〜実施例5-4)に示すように、大気中での保管時間が0時間から長くなる従って、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面全体のヘイズレベル $x$ は悪化するが、フッ酸洗浄後に大気中に保管する時間が6時間以内であれば、水素熱処理中に両面ミラーシリコン単結晶基板Wをサセプタ1から離間させなくても、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面全体のヘイ



ズレベルxを50ppm以下とすることが可能になる。

### 産業上の利用可能性

[0069] 以上のように、本発明に係るシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法及びシリコンエピタキシャルウェーハは、両面ミラーのシリコンエピタキシャルウェーハの主裏面に、微小な凹凸が生じるのを抑制するとともに、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のヘイズレベルを改善するのに有用であり、特に、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面のうちのリフトピン用の貫通孔に対向する部分に微少な凹凸が生じるのを抑制でき、シリコンエピタキシャルウェーハの主裏面全体のヘイズレベルを50ppm以下にする場合に適している。

### 符号の説明

- [0070] 1     サセプタ  
2     反応容器  
4     リフトピン  
10    座ぐり  
10a   貫通孔  
W     両面ミラーシリコン単結晶基板

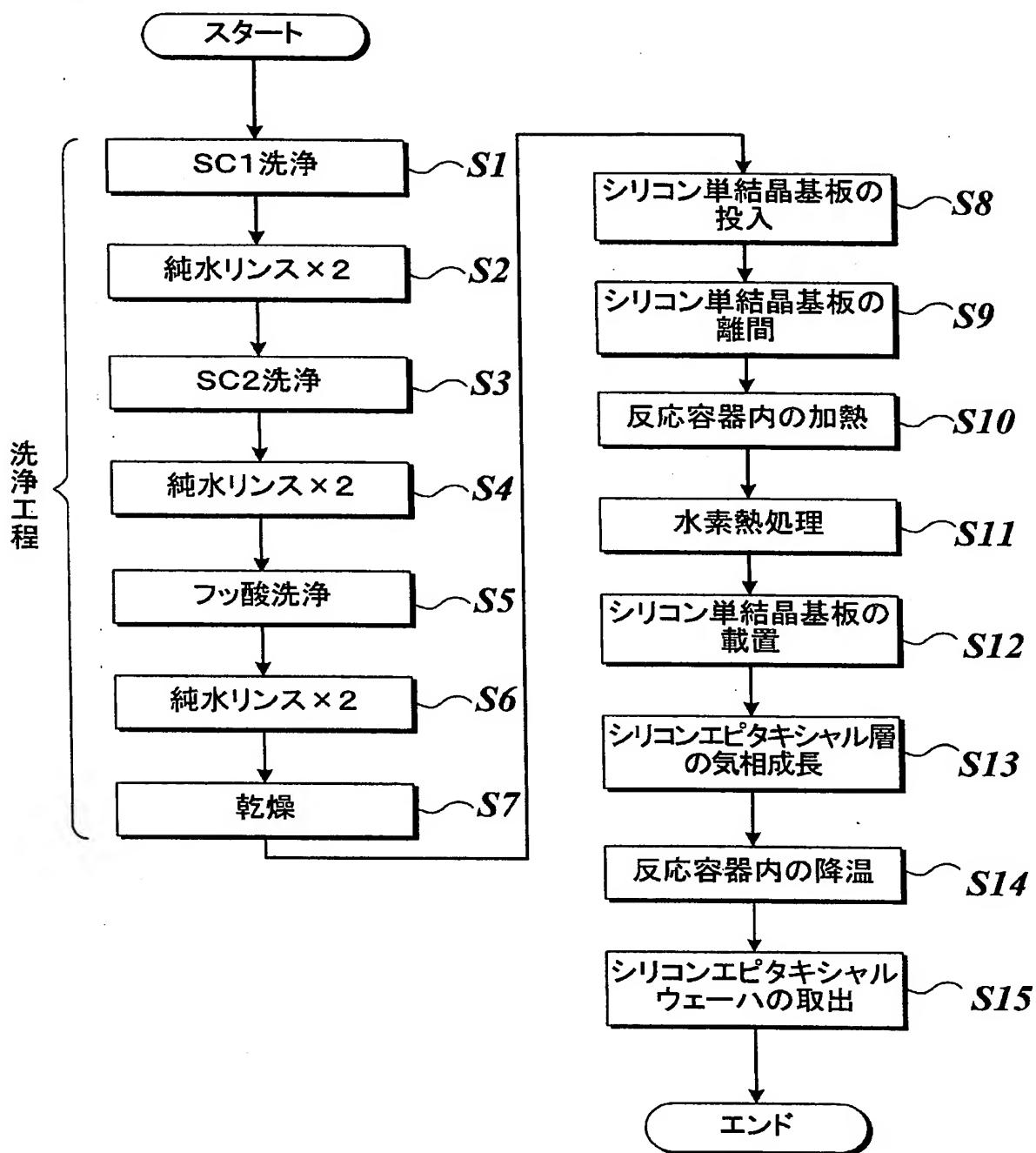
## 請求の範囲

- [1] 反応容器内に、シリコン単結晶基板を載置可能なサセプタが配設され、前記サセプタに載置されたシリコン単結晶基板に、水素雰囲気中で熱処理を施す水素熱処理工程と、前記水素熱処理工程後に、シリコンエピタキシャル層を気相成長する気相成長工程とを備えるシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法において、  
前記水素熱処理工程中に、前記シリコン単結晶基板を前記サセプタから離間させ、前記気相成長工程の間は、前記シリコン単結晶基板を前記サセプタに載置することを特徴とするシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法。
- [2] 前記シリコン単結晶基板の前記サセプタからの離間を、前記サセプタに対して前記シリコン単結晶基板を相対的に上下動させるリフトピンに前記シリコン単結晶基板を支持させて行うことを特徴とする請求の範囲第1項に記載のシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法。
- [3] 前記水素熱処理工程を、前記シリコンエピタキシャル層の気相成長温度よりも低温で行うことを特徴とする請求の範囲第1項又は第2項に記載のシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法。
- [4] 前記水素熱処理工程において、前記シリコン単結晶基板が前記サセプタから離間している際の反応容器内の温度が、少なくとも900℃であることを特徴とする請求の範囲第1項～第3項の何れか一項に記載のシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法。
- [5] 前記水素熱処理工程の前に、前記シリコン単結晶基板を洗浄する洗浄工程を備え、  
前記洗浄工程は、前記シリコン単結晶基板の少なくとも主裏面に形成された自然酸化膜を除去する自然酸化膜除去洗浄を有し、前記自然酸化膜除去洗浄を前記主裏面の最終洗浄として行うことを特徴とする請求の範囲第1項～第4項の何れか一項に記載のシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法。
- [6] 前記自然酸化膜除去洗浄は、フッ酸を用いて前記自然酸化膜を洗浄除去することを特徴とする請求の範囲第5項に記載のシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法。

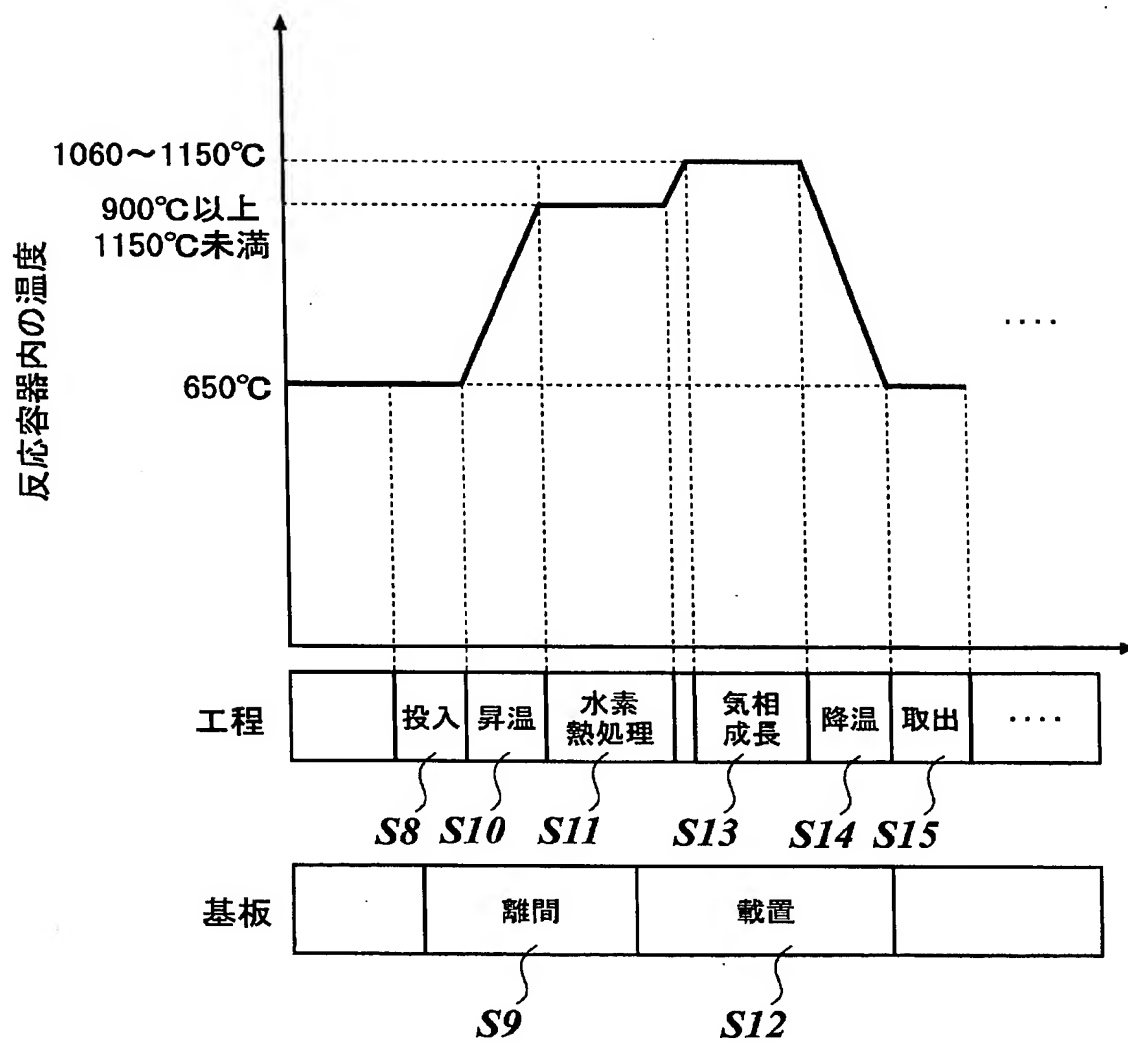
- [7] 前記洗浄工程は、前記シリコン単結晶基板の主表面に酸化膜を形成する主表面酸化膜形成洗浄を有し、前記主表面酸化膜形成洗浄を前記主表面の最終洗浄として行うことを特徴とする請求の範囲第5項又は第6項に記載のシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法。
- [8] 前記シリコン単結晶基板が、前記最終洗浄から前記反応容器内に投入されるまでの間、大気中に保管される時間を3日以内とすることを特徴とする請求の範囲第7項に記載のシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法。
- [9] シリコン単結晶基板を洗浄する洗浄工程と、前記洗浄工程後に、非酸化性雰囲気反応容器内に配設されたサセプタ上に前記シリコン単結晶基板を載置して、シリコンエピタキシャル層を気相成長する気相成長工程とを備えるシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法において、  
前記洗浄工程は、  
前記シリコン単結晶基板の主表面に酸化膜を形成する主表面酸化膜形成洗浄を、前記主表面の最終洗浄として行い、且つ、前記シリコン単結晶基板の主裏面に形成された自然酸化膜を除去する主裏面自然酸化膜除去洗浄を、前記主裏面の最終洗浄として行うことを特徴とするシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法。
- [10] 前記シリコン単結晶基板が、前記最終洗浄から前記反応容器内に投入されるまでの間、大気中に保管される時間を6時間以下とすることを特徴とする請求の範囲第9項に記載のシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法。
- [11] 前記シリコン単結晶ウェーハが両主面に鏡面加工が施された両面ミラーシリコン単結晶基板であることを特徴とする請求の範囲第1項～第10項の何れか一項に記載のシリコンエピタキシャルウェーハの製造方法。
- [12] 請求の範囲第1項～第11項の何れか一項に記載された方法により製造されたシリコンエピタキシャルウェーハ。
- [13] 両主面に鏡面加工が施された両面ミラーシリコン単結晶基板の主表面上にシリコンエピタキシャル層が形成されたシリコンエピタキシャルウェーハであって、主裏面全体のヘイズレベルが0.1ppm以上50ppm以下であることを特徴とするシリコンエピタキシャルウェーハ。

- [14] 前記主裏面全体のヘイズレベルが0.1ppm以上0.5ppm以下であることを特徴とする請求の範囲第13項に記載のシリコンエピタキシャルウェーハ。
- [15] 前記シリコンエピタキシャルウェーハの直径が300mm以上であることを特徴とする請求の範囲第13項又は第14項に記載のシリコンエピタキシャルウェーハ。

[図1]

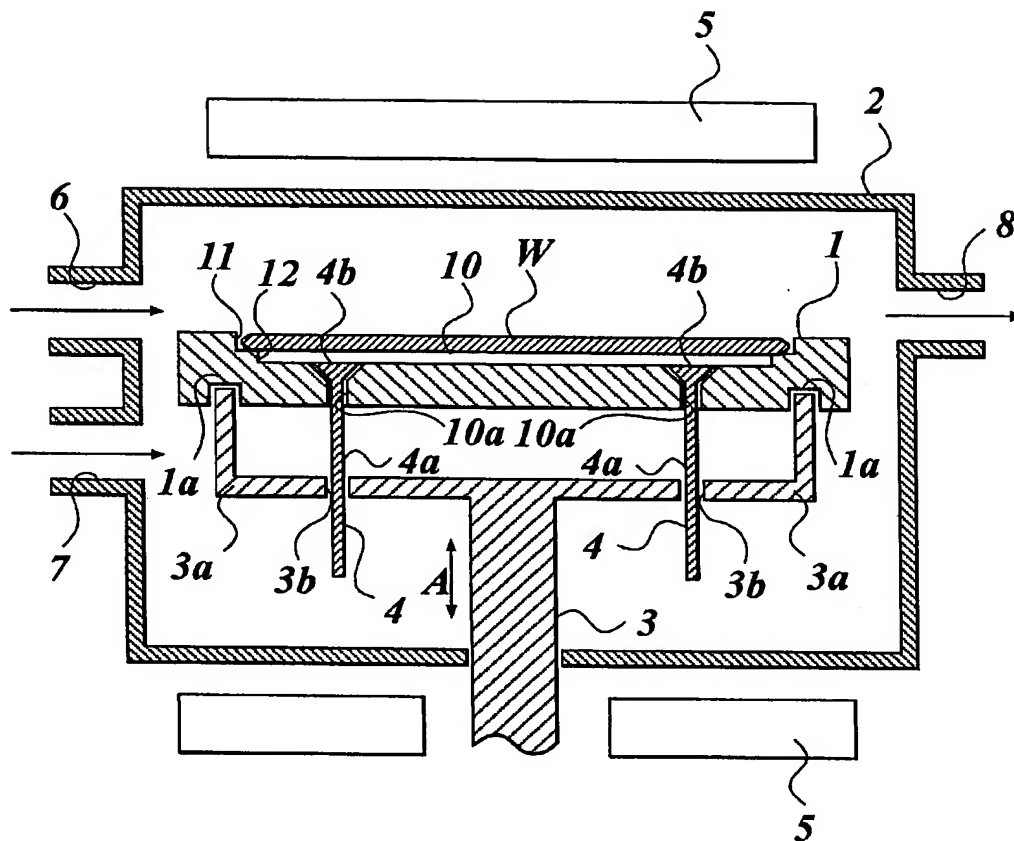


[図2]



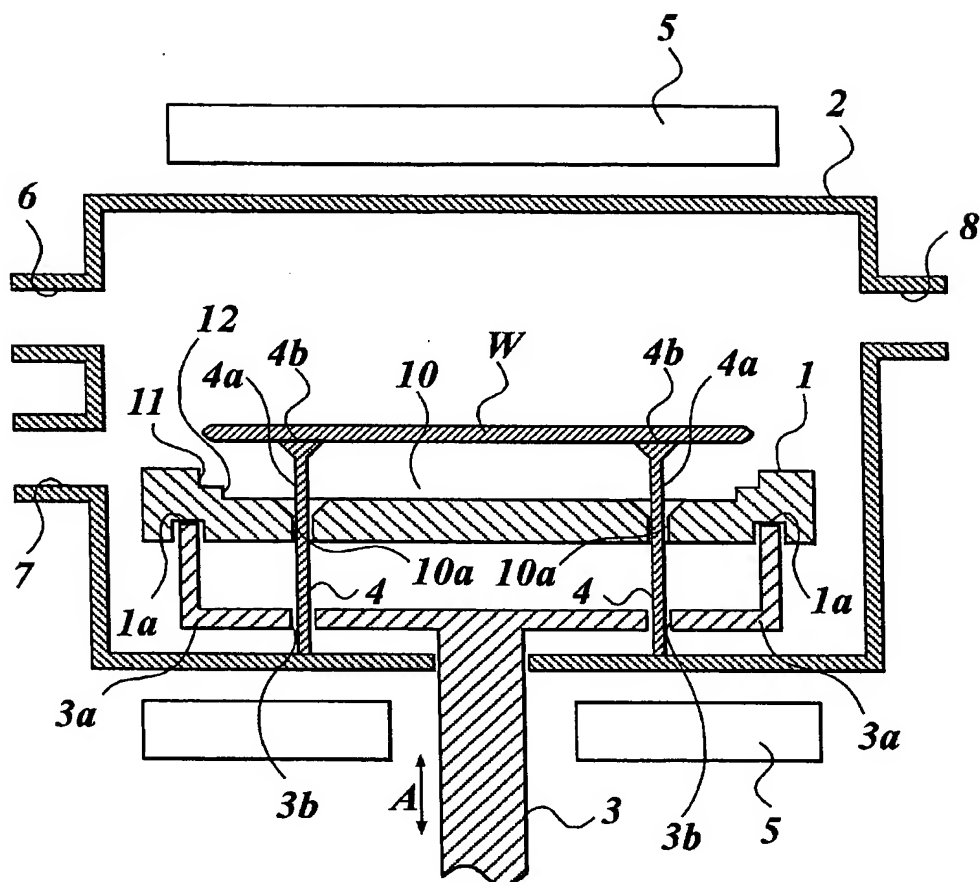
[図3]

100



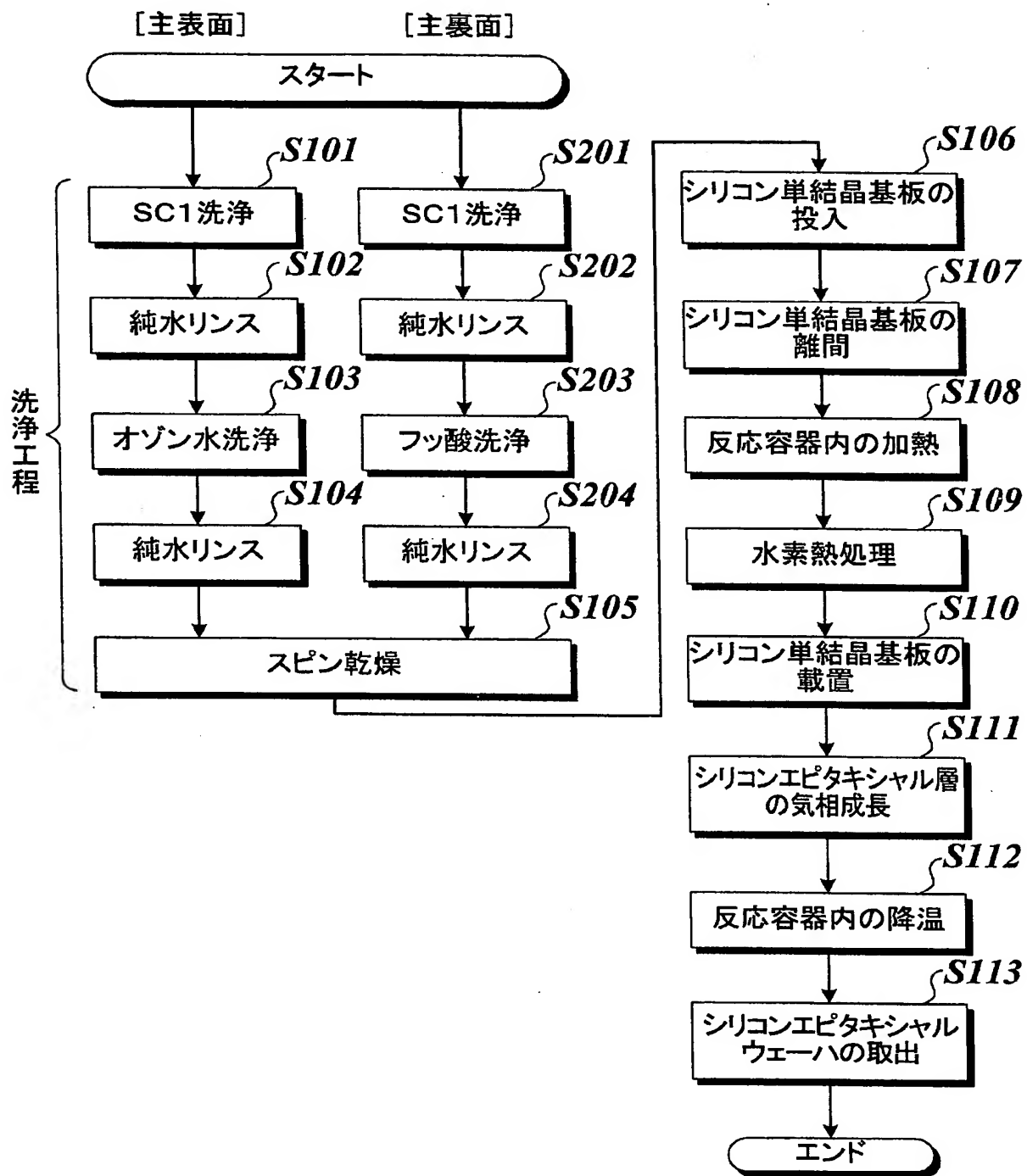
[図4]

100

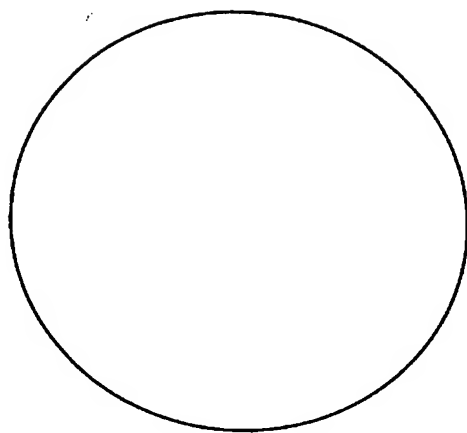





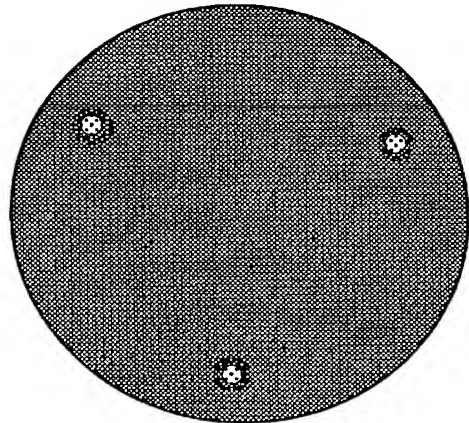

[図5]



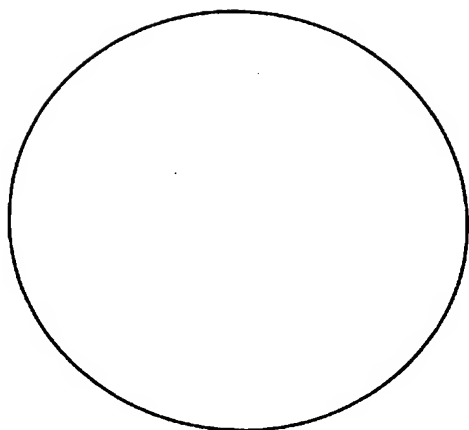
[図6A]

  $0.1 \leq x \leq 0.2$ 

[図6B]

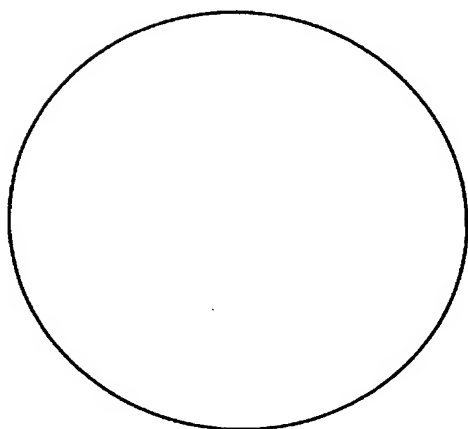
  $0.2 < x \leq 0.5$   $0.5 < x \leq 50$   $50 < x$

[図7A]



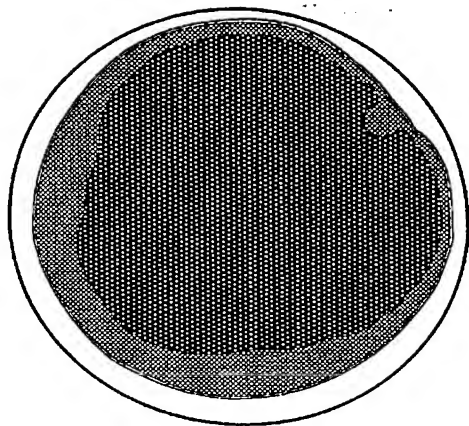
$$\square \quad 0.1 \leq x \leq 0.2$$

[図7B]



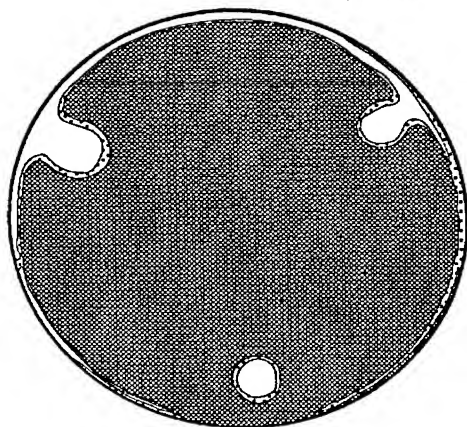
$$\square \quad 0.1 \leq x \leq 0.2$$

[図7C]



- ☐  $0.1 \leq x \leq 0.2$
- ☒  $0.2 < x \leq 0.5$
- ☒  $0.5 < x \leq 50$
- ☒  $50 < x$

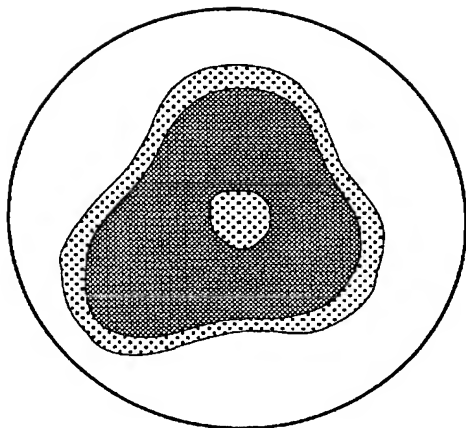
[図8A]



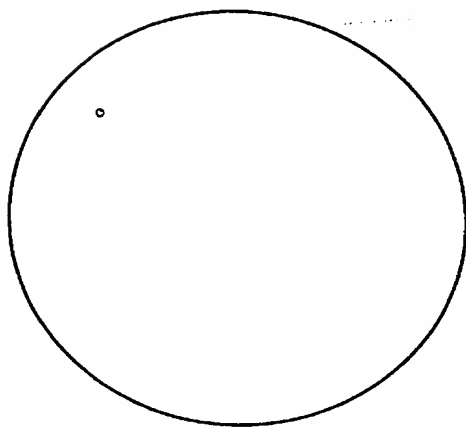
- ☐  $0.1 \leq x \leq 0.2$
- ☒  $0.2 < x \leq 0.5$
- ☒  $0.5 < x \leq 50$

Best Available Copy

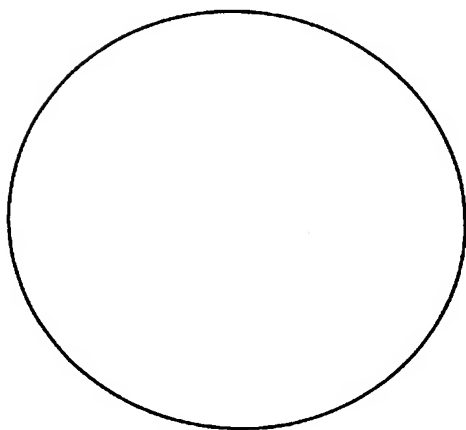
[図8B]

 $\square \quad 0.1 \leq x \leq 0.2$  $\square \quad 0.2 < x \leq 0.5$  $\square \quad 0.5 < x \leq 50$ 

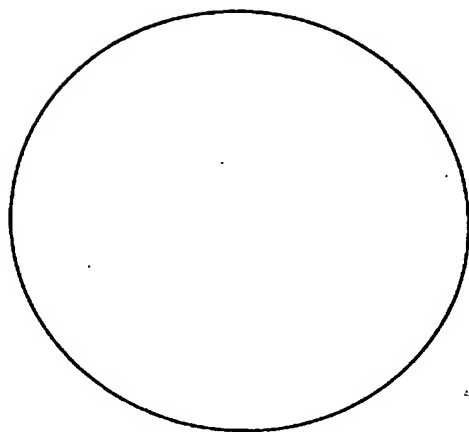
[図8C]

 $\square \quad 0.1 \leq x \leq 0.2$  $\square \quad 0.2 < x \leq 0.5$ 

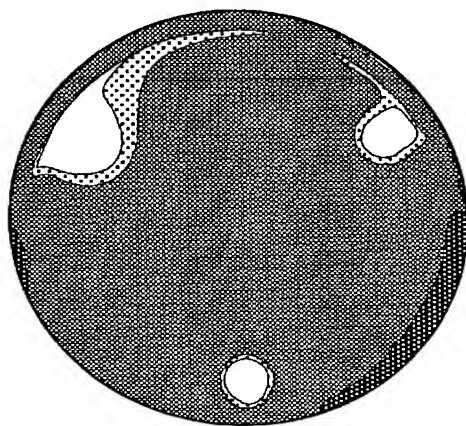
[図9A]

 $\square \quad 0.1 \leq x \leq 0.2$

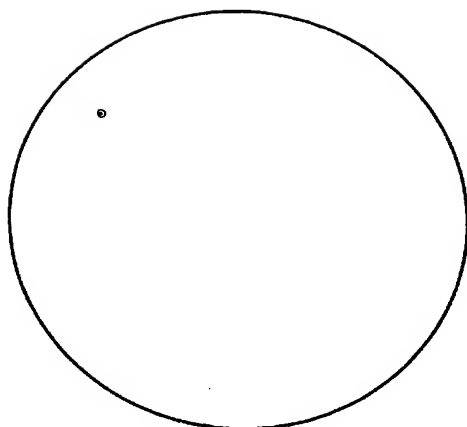
[図9B]

 $\square \quad 0.1 \leq x \leq 0.2$ 

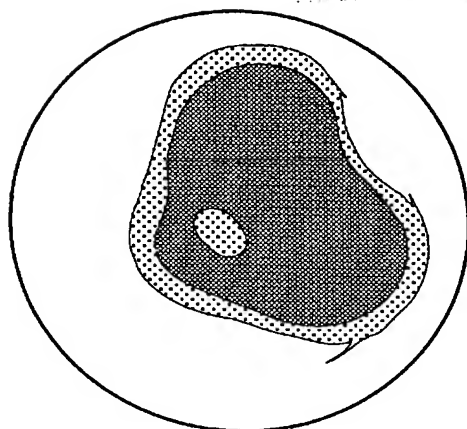
[図9C]

 $\square \quad 0.1 \leq x \leq 0.2$  $\square \quad 0.2 < x \leq 0.5$  $\square \quad 0.5 < x \leq 50$  $\square \quad 50 < x$ 

[図10A]

 $\square \quad 0.1 \leq x \leq 0.2$  $\square \quad 0.2 < x \leq 0.5$

[図10B]

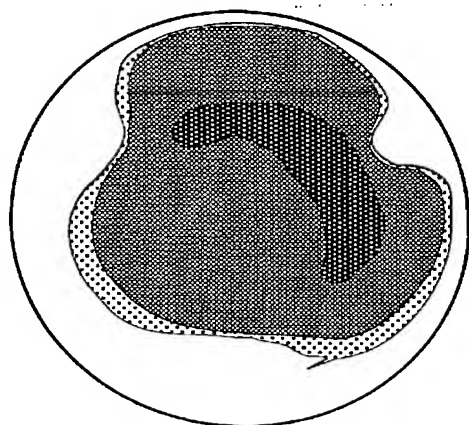


□  $0.1 \leq x \leq 0.2$

▤  $0.2 < x \leq 0.5$

▥  $0.5 < x \leq 50$

[図10C]



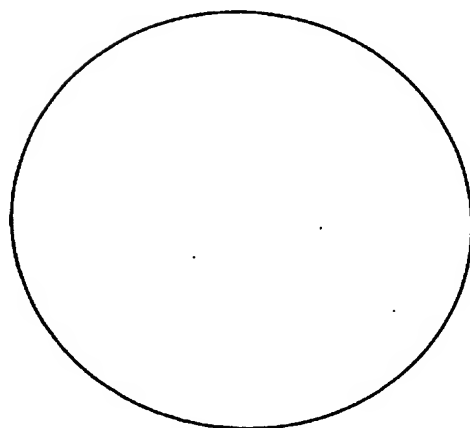
□  $0.1 \leq x \leq 0.2$

▤  $0.2 < x \leq 0.5$

▥  $0.5 < x \leq 50$

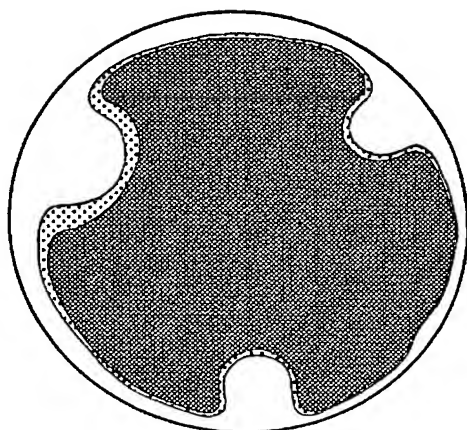
▦  $50 < x$

[図11A]



□  $0.1 \leq x \leq 0.2$

[図11B]

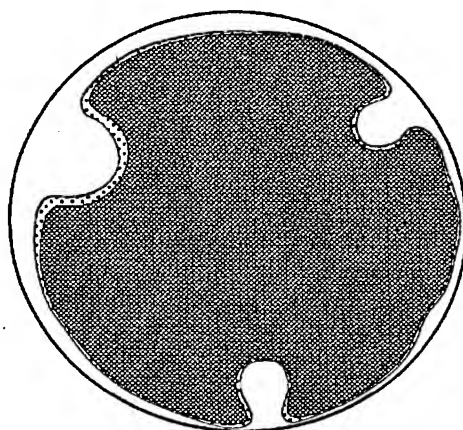


□  $0.1 \leq x \leq 0.2$

▨  $0.2 < x \leq 0.5$

■  $0.5 < x \leq 50$

[図11C]



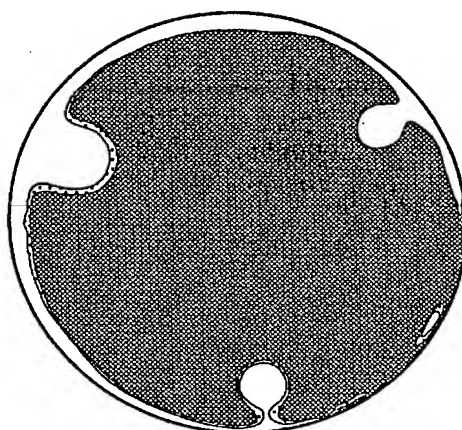
□  $0.1 \leq x \leq 0.2$

▨  $0.2 < x \leq 0.5$

■  $0.5 < x \leq 50$



[図11D]

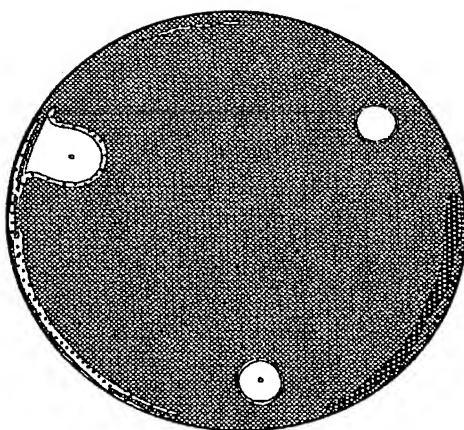


$$\square \quad 0.1 \leq x \leq 0.2$$

$$\square \quad 0.2 < x \leq 0.5$$

$$\square \quad 0.5 < x \leq 50$$

[図12A]



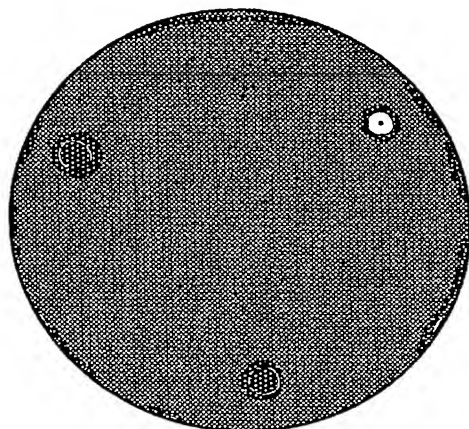
$$\square \quad 0.1 \leq x \leq 0.2$$

$$\square \quad 0.2 < x \leq 0.5$$

$$\square \quad 0.5 < x \leq 50$$

$$\square \quad 50 < x$$

[図12B]



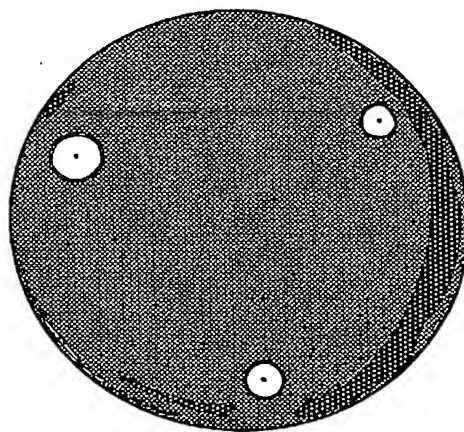
□  $0.1 \leq x \leq 0.2$

▤  $0.2 < x \leq 0.5$

▥  $0.5 < x \leq 50$

▦  $50 < x$

[図12C]



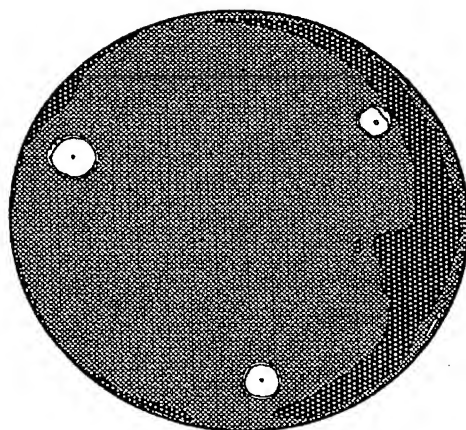
□  $0.1 \leq x \leq 0.2$

▤  $0.2 < x \leq 0.5$

▥  $0.5 < x \leq 50$

▦  $50 < x$

[図12D]



□  $0.1 \leq x \leq 0.2$

▤  $0.2 < x \leq 0.5$

▥  $0.5 < x \leq 50$

▦  $50 < x$

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/008725

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> H01L21/205, C30B29/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> H01L21/205, C30B29/06

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2004
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2004	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2000-103696 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 11 April, 2000 (11.04.00), Par. Nos. [0019] to [0037]; Figs. 1 to 7 & US 2001/0001384 A1	1-8
A	JP 8-236462 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 13 September, 1996 (13.09.96), Par. Nos. [0011] to [0025]; Figs. 1 to 5, 7 & EP 730048 A1 & US 5718762 A	1-8
X	JP 11-16844 A (Sumitomo Sitix Corp.), 22 January, 1999 (22.01.99), Par. Nos. [0014] to [0031] (Family: none)	9-15

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
10 September, 2004 (10.09.04)

Date of mailing of the international search report  
28 September, 2004 (28.09.04)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/008725

## C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 01/86035 A1 (MEMC ELECTRONIC MATERIALS, INC.), 15 November, 2001 (15.11.01), Description; page 17, line 14 to page 21, line 7; page 36, line 6 to page 38, line 23; Fig. 12 & JP 2003-532612 A Par. Nos. [0027] to [0033], [0055] to [0059]; Fig. 12	13-15

Best Available Copy

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/008725

## Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. ☐ Claims Nos.:  
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:
2. ☐ Claims Nos.:  
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:
3. ☐ Claims Nos.:  
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

## Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows.

The special technical feature of claims 1-8, 11 and 12 is in that "the silicon single crystal substrate is separated from the susceptor during the hydrogen heat treatment step".

The special technical feature of claims 9 and 10 is in that "A cleaning for forming an oxide film over the front side of the silicon single crystal substrate is performed as the final cleaning of the front side, and a cleaning for removing a natural oxide film formed on the backside of the silicon single crystal substrate is performed as the final cleaning of the backside".

(Continued to extra sheet.)

1. ☒ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. ☐ As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.
3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:
4. ☐ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims, it is covered by claims Nos.:

### Remark on Protest

- ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest
- ☒ No protest accompanied the payment of additional search fees

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2004/008725

Continuation of Box No.III of continuation of first sheet(2)

The special technical feature of claims 13-15 is in that "the haze level of the entire backside is not less than 0.1 ppm but not more than 50 ppm".

Best Available Copy

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> H01L 21/205, C30B 29/06

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> H01L 21/205, C30B 29/06

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年  
 日本国公開実用新案公報 1971-2004年  
 日本国登録実用新案公報 1994-2004年  
 日本国実用新案登録公報 1996-2004年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2000-103696 A (信越半導体株式会社), 2000.04.11 【0019】-【0037】, 図1-7 & US 2001/0001384 A1	1-8
A	JP 8-236462 A (信越半導体株式会社), 1996.09.13 【0011】-【0025】, 図1-5, 図7 & EP 730048 A1 & US 5718762 A	1-8
X	JP 11-16844 A (住友シチックス株式会社), 1999.01.22 【0014】-【0031】 (ファミリーなし)	9-15

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

10.09.2004

国際調査報告の発送日

28.9.2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)  
 郵便番号100-8915  
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)  
 和瀬田 芳正

4R

2929

電話番号 03-3581-1101 内線 3470



C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	WO 01/86035 A1 (MEMC ELECTRONIC MATERIALS, INC.) 2001.11.15, 明細書 17 頁 14 行 - 21 頁 7 行, 36 頁 6 行 - 38 頁 23 行, 図 12 & JP 2003-532612 A, 【0027】 - 【0033】 , 【0055】 - 【0059】 , 図 12	13-15

## 第Ⅱ欄 請求の範囲の一部の調査ができないときの意見（第1ページの2の続き）

法第8条第3項（PCT17条(2)(a)）の規定により、この国際調査報告は次の理由により請求の範囲の一部について作成しなかった。

1. ☐ 請求の範囲 \_\_\_\_\_ は、この国際調査機関が調査をすることを要しない対象に係るものである。つまり、
2. ☐ 請求の範囲 \_\_\_\_\_ は、有意義な国際調査をすることができる程度まで所定の要件を満たしていない国際出願の部分に係るものである。つまり、
3. ☐ 請求の範囲 \_\_\_\_\_ は、従属請求の範囲であってPCT規則6.4(a)の第2文及び第3文の規定に従って記載されていない。

## 第Ⅲ欄 発明の単一性が欠如しているときの意見（第1ページの3の続き）

次に述べるようにこの国際出願に二以上の発明があるとこの国際調査機関は認めた。

請求の範囲1-8, 11-12の特別な技術的特徴は「前記水素熱処理工程中に、前記シリコン単結晶基板を前記サセプタから離間させ」ることである。

請求の範囲9-10の特別な技術的特徴は「前記シリコン単結晶基板の主表面に酸化膜を形成する主表面酸化膜形成洗浄を、前記主表面の最終洗浄として行い、且つ、前記シリコン単結晶基板の主裏面に形成された自然酸化膜を除去する主裏面自然酸化膜除去洗浄を、前記主裏面の最終洗浄として行うこと」である。

請求の範囲13-15の特別な技術的特徴は「主裏面全体のヘイズレベルが0.1ppm以上50ppm以下であること」である。

1. ☒ 出願人が必要な追加調査手数料をすべて期間内に納付したので、この国際調査報告は、すべての調査可能な請求の範囲について作成した。
2. ☐ 追加調査手数料を要求するまでもなく、すべての調査可能な請求の範囲について調査することができたので、追加調査手数料の納付を求めなかった。
3. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を一部のみしか期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、手数料の納付のあった次の請求の範囲のみについて作成した。
4. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、請求の範囲の最初に記載されている発明に係る次の請求の範囲について作成した。

追加調査手数料の異議の申立てに関する注意

- ☐ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがあった。  
☒ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがなかった。